# This Page Is Inserted by IFW Operations and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

# IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning documents will not correct images, please do not report the images to the Image Problem Mailbox.

(11)

with Title it well for ele

MEPUBLICA SOCIALISTA ROMANIA



STUNTA SI TEHNOLOGIE

OFICIUL DE STAT PENTRU INVENTU SI MARC'

Grupa: 11

(61) Complementarà la invenția nr.

(21) Dosar nr.: 114773

(22) Data inregistrádi: 05.06.84

(30) Prioritate conventională:

(32) Data:

(33) Tara :

(31) Certificat nr.:

(45) Doto publicării : 30.05.85

(51)'nc. Cl.3; C 01 G 49/04; C 01 G 49/02,1;

(71) Solidtant:

Institutul de Fizică și Tehnologia Materialelor, București

(72) Inventator:

Bucuresti

fiz. Barb Dānilā, fiz. Diamondescu Constantin-Lucian, chim. Ruși Aneta, chim. Täräbāsanu Mihāilā Doina Ecaterino,

(73) Titular :

Institutul Central de Fizică, București

### (54) Procedeu <u>hidrotermal</u> de obținere a hematitei

Prezenta invenție se referă la un procedeu hidrotermal de obținere a hematitei, a -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, material folosit pe scară largă pentru producerea feritelor durc.

Se cunoaște că, în prezent, pentru obținerea <u>hematitei</u>, « -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, se calcinează goethita, « -FeO(OH), la temperaturi cuprinse intre 600 și 800°C.

Dezavantajele principale ale acestui procedeu sint următoarele :

🚟 calcinarca are loc la o temperatură

relativ ridicată i

caracteristicile oxidului de lier pentru ferite sint puternic influențate de meloda de preparare și de natura materiei prime.

Procedeul, conform Inventici, inläiură dezavantajele mentionate mai sus, prin aceea că. iolosindu-se o suspensie apoasă de oxi-hidroxid feric. constituită din 4.5 părți greutate oxi-hidroxid feric, α -FeO(OH) și 4 părți greutale apă, suspensia apoasa este încălzită pină la temperatura de reacție de 210±5°C, cu teză de încălzire de 3°C/min, mentinin-

du-se timp de 2 h la această temperatue: ră, după care suspensia este spălată și filtrată și apoi produsul obținut se usucă la 110°C.

la continuare se dă un exemplu de realizare a invenției.

Pentru obțineres pulberit de a -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, intr-o autoclavă din otel inoxidabil, cu capacitate de 1 l, se introduc 0,45 ky oxl-hidroxid feric, a -FeO(OH) si 0.40 ] apă. Se încălzește suspensia cu o viteză de ~3°C/min pină la atingerea temporaturii de palier de 210±5°C și se menține la această temperatură timp de 2 h.

Reacția de transformare a oxi-hidroxidului în oxid de fier este practic totali. După răcirea autoclavei urmează operalia de filtrare. Oxidul obținut se usucă? la 110° pină la greutate constantă.

Aplicarea invenției aduce următoarele avanlaje:

— se înlocuiește etapa de calcinare la 600...800°C cu tratamentul hidrotermal la 210°C;

06979

+40 1 231 25 50

B6979

- prin tratamentul hidrotermal are loc o scădere apreciabilă a conținutului de impurități în 2-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, față de maleria primă utilizată;

oxidul obținut hidrotermal prezintă
 o uniformitate a proprietăților, așa cum rezultă din intervalele de reacție de formare a hexaferitei de bariu și din microstructura finală a feritei.

#### Revendicare

Procedeu hidrotermal de obținere a hematitei, a -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, pentru fabricarea leritelor dure, caracterizat prin aceea că, folosindu-se o susp nsie apoasă de oxihidroxid feric, constituită din 4,5 părti greutate oxi-hidroxid feric, a -FeO(OH) și 4 părți greutale apă, suspensia apoasă este încălzită plnă la temperatura de reațție de 210±5°C, cu o viteză de încălzire de 3°C/min, menținîndu-se timp de 2 h la această temperatură, după care suspensia este spălată și filtrată și apoi produsul obținut se usucă la 110°C.

#### (56) Referințe bibliografice

Brevet, R.S.R., nr. 70007

Președinte comisie invenții: chim. Ștefan Rodica

10

Examinator: ing. Georgescu Mircea

REPUBLIC

### **DESCRIPTION OF INVENTION**

(61) Complement to invention no.

[EMBLEM]

(21) Dossier no.: 114773

(11)

(22) Date of filing: 05.06.84

NATIONAL COUNCIL

(30) Conventional priority:

(51) Int. Cl.<sup>3</sup>: C 01 G 49/Tk;

C 01 G 49/02, 1

ON SCIENCE AND **TECHNOLOGY** 

(22) Date:

(33) Country:

STATE OFFICE ON **INVENTIONS** 

(31) Certificate no.:

(45) Date of publication: 30.05.85

AND TRADEMARKS

(71) Applicant:	(72) Inventors:	(73) Proprietor:
Institutul de Fizică și Tehnologia Materialelor, Bucarest	phys. Barb Dănilă phys. Diamandescu Constantin Lucian, chem. Ruşi Aneta, chem. Tărăběşanu Mihăilă Dolna Ecaterina, Bucarest	Institutul Central de Fizică, Bucarest

### (54) Hydrothermal process for obtaining hematite

1

2

The invention relates to a hydrothermal process for obtaining hematite,  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, a material widely in use for production of hard ferrites.

It is known that at present, in order to obtain hematite, α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, the current method is to calcine goethite, α-Fe-O(OH), at temperatures comprised between 600 and 800°C.

The principal disadvantages of this process are the following:

- the calcination takes place at a relatively elevated temperature:
- the characteristics of the iron oxide for ferrite production are strongly influenced by the method of preparation and the nature of the raw material.

The procedure according to the invention does away with the above disadvantages, by utilizing an aqueous suspension of ferric oxy-hydroxide constituted of 4.5 weight part ferric oxy-hydroxide α-FeO(OH) and 4 weight parts of water, this aqueous suspension being heated up to a reaction temperature of  $210 \pm 5^{\circ}C$  at a heating-up rate of 3°C/min and then maintained at that

temperature for 2 h, after which the suspension is washed and filtered, and the obtained product is allowed to dry at 110°C.

There now follows an example of execution of the invention.

To obtain powdered α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, there are charged into a stainless steel autoclave of 1 l capacity 0.45 kg of ferric oxy-hydroxide α-FeO(OH) and 0.40 l of water. The suspension is heated at a rate of around 3°C/min until it attains the  $210 \pm 5$ °C level, at which temperature it is maintained for 2 h.

The reaction of conversion of iron oxy-hydroxide to oxide is practically quantitative. After cool-down of the autoclave there follows an operation of filtration. The obtained oxide is allowed to dry at 110° to constant weight.

Applying the invention brings the following advantages:

- the stage of calcination at 600...800°C is replaced by a hydrothermic treatment at 210°C;

4

- through the hydrothermic treatment there occurs an appreciable decrease in impurities content in the  $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, in respect of the raw material employed;
- the hydrothermally obtained oxide presents uniformity of properties, as results from the intervals of reaction of formation of barium hexaferrite and the final microstructure of the ferrite.

#### Scope of claims

A hydrothermal process for obtaining hematite α-Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> for purposes of producing hard ferrites, characterized in

that, using an aqueous suspension of ferric oxyhydroxide consisting of 4.5 weight part ferric oxyhydroxide  $\alpha$ -FeO(OH) and 4 weight parts of water, this aqueous suspension is heated up to a reaction temperature of  $210 \pm 5^{\circ}$ C at a rate of  $3^{\circ}$ C/min and is then maintained at that temperature for 2 h, after which the suspension is washed and filtered and the obtained product is dried at 110°C.

#### (56) Literature references

Romanian Patent no. 70007

Chairperson of the Inventions Committee: chem. Ştefan Rodica

Examiner: ing. Georgescu Mircea